

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-096387

(43)Date of publication of application : 02.05.1987

(51)Int.Cl.

C30B 11/08

(21)Application number : 60-234550

(71)Applicant : TOHOKU METAL IND LTD

(22)Date of filing : 22.10.1985

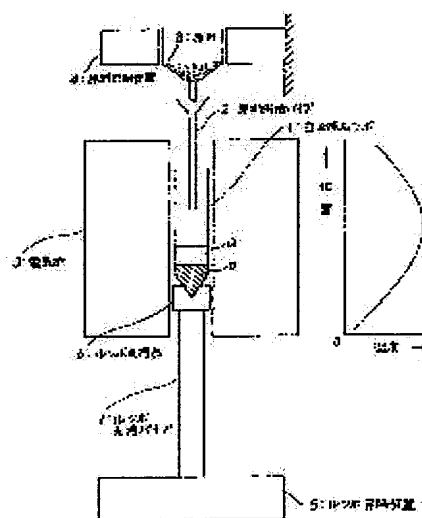
(72)Inventor : SUZUKI TAKAYUKI
ONO KENGO
ONODERA KOICHI

(54) PRODUCTION OF SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To prevent the contamination of a single crystal with platinum particles and to obtain a long single crystal having high quality, by supplying and melting a raw material of crystal in a platinum-group metal crucible held in a specific heating apparatus in stationary state, lowering the crucible to effect the growth of a single crystal and repeating the above process.

CONSTITUTION: A platinum-group metal crucible 1 changed preparatorily with a small amount of initial raw material is placed on a crucible supporting table 6 attached to a crucible supporting pipe 7 which can be vertically moved and rotated with a crucible lifting apparatus 5. The crucible supporting table 6 is inserted in a electric furnace 3 having a proper temperature distribution shown in the figure. The initial raw material is melted in the electric furnace 3 and the crucible 1 is lowered to obtain a single crystal (b). The crucible 1 is stopped, a granular raw material 8 is supplied from a raw material feeder 4 through a raw material feeding pipe 2 to a melt (a) at a depth of 20W40mm. After feeding, the crucible 1 is lowered 20W40mm at a rate of about 5mm/hr to effect the growth of the crystal. The above procedures are repeated to obtain a long single crystal.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)5月2日

C 30 B 11/08

8518-4G

審査請求 有 発明の数 1 (全2頁)

⑮ 発明の名称 単結晶の製造方法

⑯ 特 願 昭60-234550

⑰ 出 願 昭60(1985)10月22日

⑱ 発 明 者 鈴木 孝 幸 茨城県筑波郡谷田部町大字花島新田字北原28番1 東北金
属工業株式会社内

⑲ 発 明 者 小 野 賢 悟 茨城県筑波郡谷田部町大字花島新田字北原28番1 東北金
属工業株式会社内

⑳ 発 明 者 小 野 寺 晃 一 茨城県筑波郡谷田部町大字花島新田字北原28番1 東北金
属工業株式会社内

㉑ 出 願 人 東北金属工業株式会社 宮城県仙台市郡山6丁目7番1号

㉒ 代 理 人 弁理士 芦 田 坦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

単結晶の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 上下方向に適当な温度分布を有する加熱装置の中に配置したルツボ内に順次結晶原料を供給し溶融せしめ、前記加熱装置と上記ルツボの相対位置を変化させることで、該ルツボ先端より順次結晶を成長させる方法において、結晶原料の供給と結晶の成長を同時に進行させないことを特徴とする単結晶の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(1) 発明の利用分野

本発明は単結晶の製造方法に関し、特に結晶材料を順次供給溶融して長尺・大口径結晶を得る単結晶の製造方法の改良に関するものである。

(2) 従来技術

従来、単結晶を製造する方法としては、一般にブリッジマン法が知られている。この方法では、磁性材料などの大型結晶を比較的簡単に製造できるが、全体溶融固化法であるため、多成分系の結晶では、作製後の結晶上部と下部で大きな組成偏析を生じ、例えばMn-Zn-フェライトの場合は、透磁率などの物理的特性も大きく変動するという欠点があった。また、この欠点をカバーするため、長尺白金族ルツボを用い単位時間当り結晶化する重量と同量の結晶材料を連続的に供給して、組成偏析の少ない長尺大口径結晶を作製する方法も知られている。しかしながらこの様な方法では、結晶を育成しながら随時結晶原料を供給していくため、ルツボ壁からメルト中へ溶出している白金粒子が結晶成長中に固液界面を介してメルト中から結晶中へ混入して高品質の単結晶を得ることが困難であった。

(3) 発明が解決しようとする問題点

結晶中への白金混入メカニズムは、育成容器である白金族ルツボ内壁からメルト中に溶け出して

イオン化した白金が、固体原料の供給でメルトの温度低下による急冷のため、粒子状に析出し、この白金粒子が結晶成長が進行しているメルトと結晶の界面から結晶成長と同時に結晶中へ混入すると考えられ、これを押えるためにはメルトの温度低下の防止、又は温度低下時の結晶成長停止が必要である。しかしながら前者は結晶材料の供給を行う限り避けられない問題である。本発明の目的は結晶中への白金粒子混入が少ない高品質の単結晶を得ることにある。

(4) 問題点を解決するための手段

したがって本発明は、加熱装置内のルツボの中で、順次結晶材料を供給し溶融せしめ、ルツボ位置を変化させてルツボ先端から結晶成長させる方法において、特に結晶材料の供給と、結晶の成長を同時に進行させないことを特徴とする。

(5) 実施例

以下本発明の実施例を図面を参照にしながら詳細に説明する。本発明による単結晶の製造装置は、第1図(b)に示す温度分布を有する第1図(a)の電気

炉3の中にあらかじめ少量の初期原料(図示せず)を装填した白金族ルツボ1を、ルツボ支持台6、ルツボ支持パイプ7、により下方から支持し、ルツボ昇降装置5により上下移動、回転可能となっている。この様な構成の中で電気炉3により初期原料を溶融させ、白金族ルツボ1を下降することで単結晶bを得る。その後白金族ルツボ1を停止し、原料供給装置4により、顆粒状原料8を原料供給パイプ2を通して上方から落下させメルトaに20~40mmの深さ分供給し、供給終了後ルツボ1を20~40mm、5mm/hrの速度で下降して結晶の成長を行わせ、これらのくり返しにより長尺結晶を得る。例えば、Mn-Zn-フェライト単結晶にこの方法を応用したところ従来白金粒子密度が約100ヶ/cm²であったのに対し、10ヶ/cm²以下に半減し大巾に品質の改善を計ることができた。

(6) 発明の効果

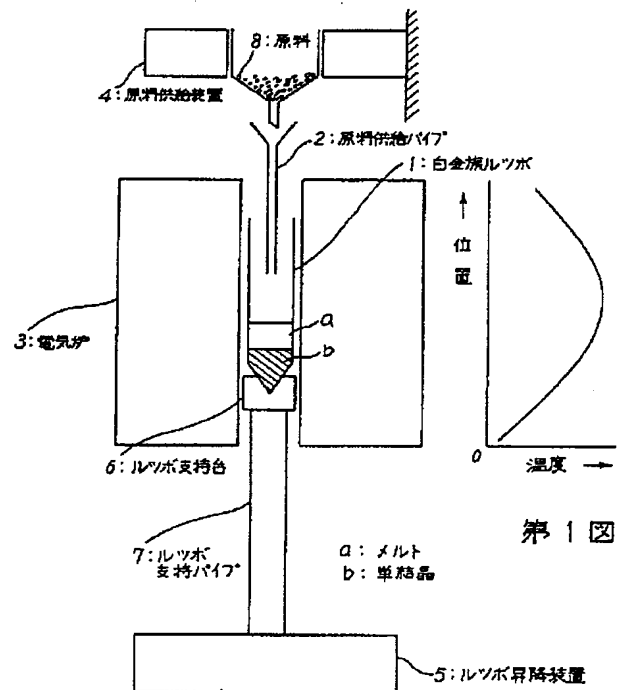
以上述べた様に、本発明による単結晶製造方法によれば白金粒子混入が非常に少ない高品質の長尺単結晶が得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図(a)は本発明による製造装置概略図、第1図(b)は温度分布を示す図である。

1は白金ルツボ、2は原料供給白金パイプ、3は電気炉、4は原料供給装置、5はルツボ昇降装置、6はルツボ支持台、7はルツボ支持パイプ、8は顆粒状原料、aはメルト、bは単結晶を示す。

代理人 (7783) 弁理士 池田 憲保



第1図(a)

第1図(b)